

PCT

EP · US

国際調査報告

(法 8 条、法施行規則第 40、41 条)
〔PCT 18 条、PCT 規則 43、44〕

出願人又は代理人 の書類記号 99 00103WO	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(PCT/ISA/220) 及び下記 5 を参照すること。		
国際出願番号 PCT/JPO1/01125	国際出願日 (日.月.年) 16.02.01	優先日 (日.月.年) 22.02.00	
出願人 (氏名又は名称) 信越半導体株式会社			

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第 41 条 (PCT 18 条) の規定に従い出願人に送付する。
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 3 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

1. 国際調査報告の基礎

a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。

☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。

b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。

☐ この国際出願に含まれる書面による配列表

☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記載した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない (第 I 欄参照)。

3. ☐ 発明の単一性が欠如している (第 II 欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は ☐ 出願人が提出したものを承認する。

☒ 第 III 欄に示されているように、法施行規則第 47 条 (PCT 規則 38.2(b)) の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から 1 カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

6. 要約書とともに公表される図は、

第 1 図とする。 ☒ 出願人が示したとおりである。

☐ なし

☐ 出願人は図を示さなかった。

☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。



第Ⅲ欄 要約 (第1ページの5の続き)

少なくとも原料(12)を充填する坩堝(4)と該坩堝(4)を囲繞するヒータ(2)と該坩堝(4)の下方に補助加熱手段(9)を備えたチョクラルスキー法により単結晶(13)を製造する結晶引き上げ装置(1)を用いて、坩堝(4)内の原料融液(12)が残り少ない状態では前記坩堝(4)を囲繞するヒータ(2)と前記補助加熱手段(9)による加熱を行いながら単結晶を引き上げ、あるいは原料(12)の追加投入を行う。これによって、大直径坩堝を使用した際でも、結晶品質や坩堝の耐久性に影響を与えることなく残り少なくなった融液原料の固化を防止し、高収率で単結晶を成長する方法が提供される。



(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2001 年 8 月 30 日 (30.08.2001)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 01/63023 A1

(51) 国際特許分類⁷: C30B 15/14, 29/06

[JP/JP]; 〒100-0005 東京都千代田区丸の内1丁目4番2号 Tokyo (JP).

(21) 国際出願番号: PCT/JP01/01125

(22) 国際出願日: 2001 年 2 月 16 日 (16.02.2001)

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 木村雅規 (KIMURA, Masanori) [JP/JP]; 〒379-0196 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社 半導体磯部研究所内 Gunma (JP).

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願2000-044422 2000 年 2 月 22 日 (22.02.2000) JP

(74) 代理人: 好宮幹夫 (YOSHIMIYA, Mikio); 〒111-0041 東京都台東区元浅草2丁目6番4号 上野三生ビル4F Tokyo (JP).

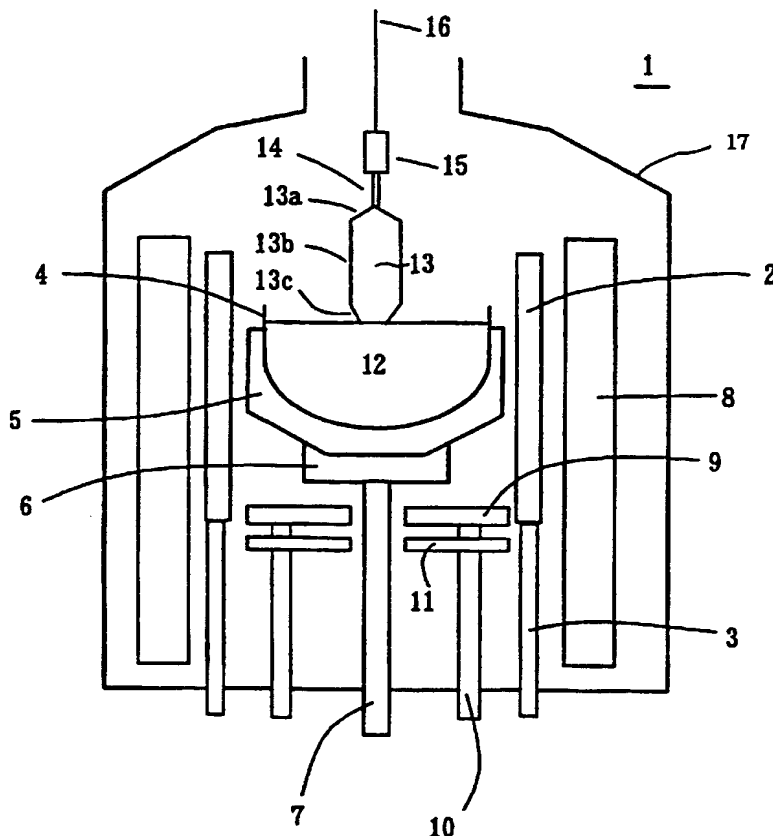
(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 信越半導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.)

(81) 指定国 (国内): JP, KR, US.

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR GROWING SINGLE CRYSTAL OF SEMICONDUCTOR

(54) 発明の名称: 半導体単結晶の成長方法



(57) Abstract: A method for growing a single crystal of a semiconductor by the Czochralski method, characterized in that use is made of a device (1) for pulling up a single crystal (13) having at least a crucible (4) for receiving a raw material (12), a heater (2) surrounding the crucible (4) and an auxiliary heating means (9) below the crucible (4), and, when a small amount of a melt (12) of the raw material is present in the crucible (4), the upward pulling of the single crystal or the additional charge of a raw material (12) is carried out while heating with both the heater (2) surrounding the crucible (4) and the auxiliary heating means (9) below the crucible (4). The method allows, even when a crucible having a great diameter is used, the prevention of the solidification of a residual raw material melt of a reduced amount with no adverse effect on the quality of a crystal or the durability of a crucible, which leads to the production of a single crystal in high yield.

[続葉有]



WO 01/63023 A1



(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

添付公開書類:

— 国際調査報告書

(57) 要約:

少なくとも原料(12)を充填する坩堝(4)と該坩堝(4)を囲繞するヒータ(2)と該坩堝(4)の下方に補助加熱手段(9)を備えたチョクラルスキー法により単結晶(13)を製造する結晶引き上げ装置(1)を用いて、坩堝(4)内の原料融液(12)が残り少ない状態では前記坩堝(4)を囲繞するヒータ(2)と前記補助加熱手段(9)による加熱を行いながら単結晶を引き上げ、あるいは原料(12)の追加投入を行う。これによって、大直径坩堝を使用した際でも、結晶品質や坩堝の耐久性に影響を与えることなく残り少なくなった融液原料の固化を防止し、高収率で単結晶を成長する方法が提供される。

明 細 書

半導体単結晶の成長方法

5 技術分野

本発明は、チョクラルスキー法（以下ＣＺ法と称することがある）によりシリコン等の半導体単結晶を成長する方法に関する。

背景技術

- 10 現在、シリコン等の半導体単結晶はＣＺ法によって製造される場合が多い。このＣＺ法に用いられる半導体単結晶製造装置は図３に示すように、原料１２を充填する坩堝４と、該坩堝４を囲繞するヒータ２と該ヒータの周囲に配された断熱材８と、坩堝内の融液に種結晶１４を接触させて単結晶を成長させる引き上げ手段と、前記各部材を収容する金属チャンバー１７とを具備している。
- 15 従来、ＣＺ法によって半導体単結晶を成長させる際、前記半導体単結晶製造装置１を用いて、坩堝４に原料１２を充填し、前記坩堝４を囲繞するヒータ２により原料１２を加熱して融液とし、該融液に種結晶１４を接触させた後、回転させながらゆっくりと引き上げることで単結晶１３を成長させることが行われてきた。ここで、単結晶１３は拡径部１３ａ、製品として使用できる定径部（直胴部と称
- 20 することがある）１３ｂ、縮径部１３ｃを持つように引き上げられ、縮径部１３ｃ形成の後に融液から切り離される。

- 単結晶製造において、高収率を得るためには、拡径部と縮径部の長さに対して、定径部の長さを可能な限り長く形成する必要がある、より多くの融液量からの引き上げが必要となる。結晶の直径が大直径化するほど拡径部と縮径部の割合が大きくなるのでこの対策が重要となり、大直径の坩堝を使用してより多くの原料を用いる必要が高くなる。
- 25

また、高収率を得るための別の方法として、融液量が可能な限り残り少なくなるまで単結晶棒を引き上げることも重要である。ここで、結晶引き上げ前の初期の原料の重量に対する成長した単結晶重量の割合を百分率で表した値を単化率と

称する。従って、大直径結晶を高収率で引き上げるためには、大直径坩堝を用いるとともにさらに高い単化率で単結晶棒を引き上げることが重要と言える。

しかし、坩堝の大直径化に伴い、融液表面からの放射熱量が増加するため、坩堝を囲繞するヒータによる側面からの加熱のみでは、加熱量が不足気味になる。

- 5 特に、単結晶棒の直胴部後半や、単結晶棒を切り離した後は、融液深さが浅いので側面からの受熱面積が減少し、加熱効率が低下する。その結果、融液が固化する現象がしばしば生じるようになる。ここで、固化とは、融液の表面あるいは内部の一部あるいは全てが冷えて固体となる現象を意味する。そして、固化現象による最悪の結果としては、融液中に発生した固体領域と結晶の成長界面が接触した
10 場合であり、その時点以降は有転位成長するため、単結晶の引き上げが不可能となる。また、融液の大半が固化した場合には容積変化（シリコンの場合には体積膨張）により坩堝に応力が加わり、割れが発生する可能性があるため、その時点以降の結晶引き上げを中止する必要性も生じる。

- このような融液の固化を回避するために、図4に示すように坩堝を囲繞するヒータのヒータ電力を増加させる方法が考えられる。しかし、ヒータからの加熱量の増加により、引き上げ中の単結晶の温度勾配が緩やかになり、単結晶の成長速度を遅くしなければならなくなる。あるいは結晶欠陥が形成される温度領域で徐冷され、欠陥サイズが大きくなるといった問題が生じる。ここで形成される結晶欠陥は、例えば結晶の成長界面で取り込まれた空孔や格子間原子がその後の冷却
20 中に凝集し、その結果形成されたボイドと呼ばれる空洞や転位の塊（クラスタ）である。

- また、過度にヒータ電力を増加させた場合、坩堝の温度が必要以上に高温となり、坩堝が変形したり、或いは融液と接する坩堝の内面が変質することがある。坩堝が大きく変形すると、単結晶やヒータなどの部材に坩堝が接触し、引き上げ
25 の中断を余儀なくされる。また、融液と接する坩堝面が変質した場合には、この変質部分が融液中に剥離し結晶成長界面に到達して単結晶が有転位化することもある。

以上、結晶引き上げ中に坩堝内の融液が残り少なくなった時に生じる問題について説明してきたが、単結晶を切り離した後に坩堝内に残る融液に対しても、同

様に、固化問題と過度のヒータ加熱による坩堝の劣化といった問題がある。すなわち、坩堝内に残った融液について固化が問題となるのは、マルチブリングを行う場合である。ここで、マルチブリングとは、成長した単結晶棒を融液から切り離して単結晶製造装置から取り出した後、坩堝内に残った融液に原料を追加投入し、原料を熔融後、種結晶を接触させて別の単結晶棒の引き上げを再び行うことである。

マルチブリングにおいて、単結晶を切り離した後から、原料を追加投入し坩堝内の全ての原料を熔融するまでの間は、融液が急激に固化することを防止する必要がある。特に、少ない融液に新たに原料が投入された時点においては、投入された原料に融液の熱が奪われて融液温度が急激に低下する恐れがある。この時、もし融液が急激に固化しその体積変化により坩堝に異常な応力が加わると、坩堝に割れが生じる可能性があるからである。

以上述べたように、従来の技術では、大直径坩堝を使用し高い単化率で結晶を引き上げる際や、マルチブリングにおける残り少ない融液に原料を追加投入する際に、坩堝内の融液の固化を結晶品質や操業性に影響を与えることなく防止することができず、適当な解決手段が望まれていた。

発明の開示

本発明は上記の問題に鑑みてなされたもので、結晶品質や坩堝の耐久性に影響を与えることなく、残り少なくなった融液原料の固化を防止する方法を提供することを主たる目的とする。

本発明者は、大直径坩堝による結晶引き上げにおいて、融液量が残り少なくなっても固化することなく、結晶引き上げを継続できる結晶成長方法について鋭意研究を重ねた。その結果、融液量の減少に関わらず熱伝達効率が変わらない坩堝下方からの補助加熱を行うことにより、上記課題を解決することを着想し、改良を重ねた結果、本発明を完成するに至ったものである。

上記目的を達成するため、本発明の半導体単結晶の成長方法は、原料を充填する坩堝と、該坩堝を囲繞するヒータと、坩堝内の融液に種結晶を接触させて単結晶を成長させる引き上げ手段と、前記各部材を収容する金属チャンバーとを具備

する半導体単結晶製造装置を使用するチョクラルスキー法による半導体単結晶の成長方法において、前記坩堝の下方に補助加熱手段を配し、結晶の引き上げ中における成長前の原料融液重量に対する成長結晶の重量の割合が60%以上となった時以降では、前記坩堝を囲繞するヒータによる加熱に加えて前記補助加熱手段により補助的に坩堝を加熱しながら単結晶を引き上げることを特徴とする。

このように、残湯の固化が発生し易くなる初期原料融液重量に対する成長結晶の重量の割合が60%以上となった時以降に、坩堝をその下方から補助的に加熱するようにすれば、融液表面から輻射によって熱が奪われても、坩堝の下方から広い面積で効率的に熱を補うことが可能となる。しかも、坩堝を囲繞するヒータからの輻射熱のように、融液の量に従って受熱面積が変わることがほとんど無いため、融液量に関わらず常に一定の加熱効率が得られるという特徴がある。また、坩堝底面に対する加熱は自然対流による熱輸送を促進し融液全体を効率的に加熱することになるので、坩堝の側面からの加熱にくらべて、補助ヒータ電力に対する融液温度の時間的応答性が良い。これは特に速い成長速度で結晶を引き上げているときの融液量の減少速度が速い場合に対応できることを意味する。

また、坩堝を囲繞するヒータにかかる電力を過度に増加させる必要が無くなり、単結晶の温度分布が変わることも坩堝が変形したり変質することも無くなる。以上の結果、大直径坩堝であっても高い単化率まで結晶引き上げが可能となる。

この場合、前記補助加熱手段による加熱は、単結晶表面の引き上げ軸方向の温度勾配を、前記成長前の原料融液重量に対する成長結晶の重量の割合によらず一定に保つように行うのが好ましく、さらに前記坩堝を囲繞するヒータと前記補助加熱手段の電力値、および／または両者の電力値の割合を総合伝熱解析計算により求めて制御目標値とし、該制御目標値に近づけるように単結晶引き上げ時に前記坩堝を囲繞するヒータと補助加熱手段の電力を制御することが好ましい。

このように、単結晶棒の熱履歴が引き上げ方向に一定となるように制御すれば、融液量の減少に関わりなく結晶欠陥のサイズや分布を引き上げ方向に一定に保つことができ、一定品質の結晶を高い収率で得ることができる。さらに、各ヒータの電力を総合伝熱解析計算によって求めた値に従って制御すれば、引き上げ方向に一定の結晶品質を得るために、各ヒータ電力の組合せを試行錯誤で決定する必

要が無くなるので、低コストで生産技術開発が可能となる。ここで、総合伝熱解析計算とは単結晶製造装置内の構造物間における輻射と伝導による伝熱を計算し、前記装置内部の温度分布を導き出す数値シミュレーションである。

また、本発明の半導体単結晶の成長方法は、原料を充填する坩堝と、該坩堝を
5 囲繞するヒータと、坩堝内の融液に種結晶を接触させて単結晶を成長させる引き
上げ手段と、前記各部材を収容する金属チャンバーとを具備する半導体単結晶製
造装置を使用するチヨクラルスキー法によりマルチプリングを行う半導体単結晶
の成長方法において、前記坩堝の下方に補助加熱手段を配し、成長させた単結晶
棒を融液から切り離して結晶製造装置から取り出した後、坩堝内に残った原料に
10 新たに原料を加えて溶融し、種結晶を融液に接触させて再び単結晶を引き上げる
際に、少なくとも単結晶棒を融液から切り離す時点から坩堝内に新たに原料が投
入され坩堝内の原料が完全に溶融する時点まで、前記原料融液が固化しないよう
に前記坩堝を囲繞するヒータと前記補助加熱手段により坩堝を加熱することを特
徴とする。

15 このように、坩堝内の融液を下方から加熱することにより、坩堝内に残った少
ない融液に対しても固化が発生することを防止できる。これは前述のように坩堝
底面に対する加熱においては、融液量に関係なく補助ヒータからの受熱面積を大
きく一定に確保できることと、底部加熱による自然対流により融液内の熱の輸送
が促進されるからと考えられる。その結果、速い投入量速度で原料を投入するこ
20 とができる。

また、坩堝を囲繞するヒータにかける電力を著しく増加させる必要がなくなり、
過度の加熱による坩堝の変形や耐久性の低下を未然に防止できる。

さらに従来法にくらべて、坩堝内に残す融液量を少なくすることができるので、
高い収率で単結晶を得ることができる。

25 本発明の半導体単結晶の成長方法が特に有効なのは、例えば内径が28インチ
(約711mm)以上の坩堝を用いて、直径が12インチ(300mm)以上の単結晶
を成長する場合である。シリコン単結晶の場合、ますます大直径化が進み、16
インチ(400mm)あるいは20インチ(500mm)の単結晶が必要になってくる
ことが予想される。それに対応して坩堝の内径も大型化し、内径40インチ(約

1000mm) ないし 60 インチ (約 1500mm) さらにはそれ以上の坩堝による結晶成長を行うことになる。そうなれば、本発明の必要性がますます高くなると言える。

以上説明したように、本発明によれば、大直径坩堝を使用した際においても坩堝内の原料融液が残り少なくなるまで融液の固化を発生させることなく、安定した単結晶の成長が可能となる。また、マルチブリンクにおける原料追加投入時の融液を安定して維持できる。その結果、高い収率で単結晶を得ることが可能となる。さらに、結晶品質が成長方向に安定した単結晶を引き上げることが可能となる。

10

図面の簡単な説明

図 1 は、本発明で用いた結晶引き上げ装置の一例を示した説明図である。

図 2 は、本発明の結晶引き上げ時のヒータ電力と単化率との関係の一例を示した図である。

15 図 3 は、従来の結晶引き上げ装置の一例を示した説明図である。

図 4 は、従来の結晶引き上げ時のヒータ電力と単化率との関係の一例を示した説明図である。

発明を実施するための最良の形態

20 以下、本発明の実施形態につき説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

図 1 は本発明で用いた単結晶引き上げ装置の一例を示した説明図である。図 1 に示すように、チョクラルスキー法により結晶を製造する結晶引き上げ装置 (半導体単結晶製造装置) 1 において、原料 12 を充填する石英坩堝 4 とこれを支持する黒鉛坩堝 5 を備えており、さらにこれを囲繞するヒータ 2 を備えている。ヒータ 2 の外側には断熱材 8 が配置され保温効果を得ている。これらの各部材は、金属チャンバー 17 中に収容されている。

25 単結晶 13 の引き上げについては、結晶引き上げ機構 (図示せず) に端部が繋がれたワイヤー 16 に連結された種ホルダー 15 に種結晶 14 を保持し、前記種

結晶 1 4 を融液 1 2 に接触させて回転させながらゆっくり引き上げるることにより単結晶 1 3 を成長させる。この時、単結晶 1 3 は拡径部 1 3 a、定径部 1 3 b、縮径部 1 3 c と順次形成されるように引き上げられる。

ここで、坩堝の下方には該坩堝を下方から加熱する補助加熱手段として抵抗加熱による補助ヒータ 9 を備えている。補助ヒータ 9 の下方には断熱材 1 1 が配置され保温効果を得ている。補助ヒータ 9 の形状は、融液量に関わらず坩堝を下方から加熱できる構造、大きさであれば良く、坩堝形状に合わせた形であっても良いし、坩堝の底面側から坩堝の側面側に多少回り込んだ形状であっても良い。補助加熱手段としては前記の抵抗加熱による補助ヒータのみならず、高周波加熱によるヒータ、輻射加熱用のランプ等を用いることも可能である。

ヒータ 2 は、これを支持するヒータ支持軸 3 を介して昇降機構（図示せず）により昇降可能とされている。補助ヒータ 9 も同様に、支持軸 1 0 を介して昇降機構（図示せず）により昇降可能とされている。黒鉛坩堝 5 はこれを支持する坩堝支持円盤 6 に組み込まれ、該坩堝支持円盤 6 は坩堝軸 7 の上端に固定されている。坩堝軸 7 は駆動機構（図示せず）によって昇降、回転自在とされている。

これらの黒鉛坩堝 5 およびヒータ 2 および補助ヒータ 9 の位置関係は、例えば単結晶引き上げ時における坩堝内の原料 1 2 の残量その他の状態により自在に変化させることが可能なようになっている。

補助ヒータ 9 は、ヒータ 2 と独立に制御された電力供給装置（図示せず）につなげて良いし、互いに連携するようにつなげて良い。結晶品質は単結晶の温度勾配により左右されるため、総合伝熱解析計算により少なくとも単結晶表面の引き上げ軸方向の温度勾配が単化率が変わっても一定に保たれるように、前記両者のヒータ電力値、および／または両者の電力値の割合を求めておき、これを設定値として該設定値に近づくようにヒータ電力を制御することがより好ましい。より具体的には、例えば、総合伝熱解析計算の際に単結晶の温度勾配が一定になるようにヒータ 2 にかかる電力を与えておき、全体の熱バランスと単結晶直径を任意に制御できるように補助ヒータ 9 にかかる電力を導き出すことが好ましい。実際の結晶引上においては、ヒータ 2 にかかる電力の時系列変化を優先として、単結晶直径制御に関わる制御因子として補助ヒータ 9 にかかる電力を制御すれば

良い。

以下、上記単結晶引き上げ装置 1 を用いて半導体単結晶の引き上げおよび、マルチブリングにおける原料再投入を行う場合について説明する。

5 この単結晶引き上げ装置 1 を用いて単結晶を引き上げる場合、原料融液 1 2 の残量が少なくなると、ヒータ 2 からの受熱面積が少なくなる。一方、融液表面からは常にその面積すなわち坩堝内径の二乗に比例して熱放射により熱が奪われていく。従ってヒータ 2 のみでは融液の温度を維持することが困難になる。この傾向は坩堝が大直径化するほどより顕著になってくる。

そこで、融液量が残りに少なくなるにつれて補助ヒータ 9 で坩堝下方から補助加
10 熱を行う。このようにすれば、融液の残量に関わらずヒータ 2 からの受熱面積の低下分を補うことが可能になり、ヒータ 2 への電力を過度に増加させることなく融液の温度を適当な温度に維持することができる。ヒータ 2 の電力を過度に増加させずに済むので、引き上げ中の単結晶の温度分布は殆ど影響を受けない。単結晶の温度分布を急冷気味にしたければ、補助ヒータ 9 の電力を高めにして、ヒータ 2 の電力を小さめにすれば良いし、その逆に、単結晶の温度分布を徐冷気味にしたければ補助ヒータ 9 の電力を小さめにして、ヒータ 2 の電力を高めにする
15 すれば良い。単化率に対するヒータ 2 および補助ヒータ 9 の電力パターンの一例を図 2 に示した。

本方法を用いれば、坩堝内に残す融液量を少なくすることができるので、高収
20 率で単結晶を得ることができる。

マルチブリングにおいては、成長させた単結晶棒を融液から切り離し、単結晶引き上げ装置 1 から取り出した後、坩堝内に残った原料融液に新たに原料を追加投入し再び単結晶引き上げを行う。原料を追加投入する際に重要なことは、原料融液が完全に固化することがないように温度を維持することである。何故なら、
25 もし、原料融液が坩堝内で完全に固化してしまうと、固化時の体積変化によって坩堝に応力が加わり、割れを生じる可能性がある。

そこで、単結晶棒を切り離した後の融液が完全に固化しないように、補助ヒータ 9 で坩堝下方から補助加熱を行う。このようにすれば、融液の残量に関わらずヒータ 2 からの受熱面積の低下分を補うことが可能になる。また、原料を追加投

入する際にも融液の温度が低下しやすいので、原料の投入に合わせて補助ヒータの電力を増加させる。

このようにすれば、ヒータ 2 への電力を過度に増加させることなく融液の温度を適当な温度に維持することができる。その結果、坩堝の変形や劣化が防止される。

また、本方法を用いれば坩堝内に残す融液量を少なくすることができるので、高収率で単結晶を得ることができる。

以下、本発明を実施例および比較例を挙げて説明する。

（実施例 1）

図 1 に示す単結晶引き上げ装置 1 を用いてシリコン単結晶の引き上げを行った。石英坩堝 4 のサイズは内径 32 インチであり、300 kg のシリコン原料 12 を石英坩堝 4 に充填して直径 12 インチ結晶の引き上げを行った。単化率が 0 ~ 60 % の範囲ではヒータ 2 のみによる引き上げを行い、単化率 60 % 以上ではヒータ 2 による加熱に加えて補助ヒータ 9 による補助加熱を行った。尚、単結晶の定径部における引き上げ速度が 0.8 mm/min に保たれるようにヒータ 2 と補助ヒータ 9 の電力を制御した。具体的には、単化率 60 % 以上で、ヒータ 2 にかかる電力は一定にしておいて、補助ヒータ 9 により直径制御に関わる加熱制御を行った。本テストでの試験引き上げ本数は 10 本である。

（比較例 1）

また、比較のために、引き上げ装置 1、石英坩堝 4、原料 12 の量は実施例 1 と同じとして、終始ヒータ 2 のみによる直径 12 インチ結晶の引き上げを試みた。単結晶の引き上げ速度は実施例 1 と同様に単結晶の定径部における引き上げ速度が 0.8 mm/min に保たれるようにヒータ 2 の電力を制御した。試験引き上げ本数は 10 本である。

単化率 60 %、70 %、80 %、85 % の時点における融液の固化発生有無を調査し、これらの実施例 1、比較例 1 の調査結果を、試験引き上げ本数に対する

固化発生本数の百分率として表 1 に示した。

(表 1)

単化率 (%)	実施例 1 (%)	比較例 1 (%)
60	0	0
70	0	20
80	0	50
85	0	100

5 表 1 より、実施例 1 の本発明の単結晶引き上げ方法では、単化率が 60 % 以上で補助ヒータ 9 による加熱を行ったので、60 % から 85 % までの全ての単化率において融液に固化を生じることなく安定して単結晶を引き上げられることができた。

10 一方、比較例の従来の単結晶引き上げ方法では、単化率 70 % で融液表面に固化が発生す場合が見られた。さらに、単化率が 85 % になると全ての引き上げテストにおいて固化が発生し、単結晶の成長界面に付着したため結晶引き上げの続行は不可能となった。比較例 1 では補助ヒータ 9 を使用しなかったので、単化率が 70 % の時点で固化が発生したが、実施例 1 では単化率が 60 % 以上で補助ヒータ 9 による加熱を行ったので、固化は発生しなかった。このことから、単化率
15 が 60 % 以上となった時より後では、補助ヒータ 9 による補助加熱が有効であると言える。

(実施例 2)

20 引き上げ装置 1、石英坩堝 4、原料 12 の量は実施例 1 と同じとして、単結晶の定径部における引き上げ速度が 0.8 mm/min に保たれるように直径 12 インチ結晶の引き上げを試みた。ここで引き上げに先立ち、単化率が 60 %、70 %、80 %、85 % と増加しても単結晶中の引き上げ軸方向の温度分布が変わらないように、総合伝熱解析計算を用いてヒータ 2 と補助ヒータ 9 の電力を求めておいた。そして単結晶を引き上げる際には、求めた電力値に近づくように結晶引き上

げ時のヒータ電力を制御した。本実施例においては、単化率 60～69%、70～79%、80～85%において、ヒータ 2 と補助ヒータ 9 にかけた電力は、それぞれ、150 kW と 20 ± 5 kW、145 kW と 25 ± 7 kW、140 kW と 28 ± 8 kW であった。ここで、補助ヒータ 9 にかけた電力値の幅は単結晶直径
5 制御の為に変動させたことによる。

引き上がった単結晶の結晶欠陥密度を調査するため、FPD (Flow Pattern Defect) を測定した。FPD とは、成長後のシリコン単結晶棒からウェーハを切り出し、表面の歪み層を弗酸と硝酸の混合液でエッチングして取り除いた後、 $K_2Cr_2O_7$ と弗酸と水の混合液で表面をエッチング (Secco エッチング) することによりピットおよびさざ波模様が生じる。このさざ
10 波模様を FPD と称し、空孔が凝集して形成された空洞であると考えられる。

引き上がった単結晶の引き上げ軸方向の FPD 密度分布を調査した結果、全ての引上軸方向の位置において、FPD 密度は $300 \sim 320 / cm^2$ の範囲に入っており、総合伝熱解析計算によりヒータ電力を求める方法が良好に作用していることが証明された。
15

総合伝熱解析計算を用いない場合、ヒータ 2 と補助ヒータ 9 の電力について、数多くの組合せによる単結晶引き上げテストを行い、結晶欠陥分布を調査しなければならない。このため、単結晶引き上げ条件の決定に多大な費用と時間が費やされる。

20 しかし、本発明のように総合伝熱解析計算により欠陥分布が一定となるヒータ電力を求めておけば、引き上げテスト回数を非常に少なくすることができる。ヒータ電力を調製したければ、単結晶を徐冷する度合い、あるいは急冷する度合いに合わせて再度総合伝熱解析計算を行えばよい。

25 (実施例 3)

引き上げ装置 1、石英坩堝 4、原料 12 の量は実施例 1 と同じとして、直径 12 インチ結晶の引き上げを行った。単化率 60% 以上で補助ヒータ 9 による補助加熱を行い、単化率 70% で単結晶棒を融液から切り離した。その後、単結晶を切り離した時点におけるヒータ 2 の電力を維持しつつ、補助ヒータ 9 により融液

が固化しないように補助加熱しながら、残った融液に新たに 110 kg の原料を追加投入し、単化率 70 % の 2 本目の単結晶引き上げを行った。

(比較例 2)

- 5 また、比較のために、引き上げ装置 1、石英坩堝 4、原料 12、単化率、追加原料の量は実施例 3 と同じとして、終始ヒータ 2 のみによる引き上げを試みた。尚、1 本目の単結晶を切り離した後、坩堝内の融液が固化しないように、ヒータ 2 の電力を増加させた。
- 10 実施例 3 では、石英坩堝に変形は見られなかったが、比較例 2 では、石英坩堝の直胴部上部が内側に変形していた。このことより、坩堝の下方から補助加熱することにより坩堝の変形が防止されることが判る。

- 尚、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例
- 15 示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなる場合であっても本発明の技術的範囲に包含される。

- 例えば、本発明で言うチョクラルスキー法とは、坩堝内の融液に磁場を印加しながら単結晶を育成する、MCZ 法（磁場印加引き上げ法）も含むものであり、
- 20 カスプ磁場印加法、水平磁場印加法、垂直磁場印加法もこれに含まれる。本発明の単結晶引き上げ方法は、当然 MCZ 法においても適用でき、その効果を発揮するものである。

請 求 の 範 囲

1. 原料を充填する坩堝と、該坩堝を囲繞するヒータと、坩堝内の融液に種結晶を接触させて単結晶を成長させる引き上げ手段と、前記各部材を収容する金属チャンバーとを具備する半導体単結晶製造装置を使用するチョクラルスキー法による半導体単結晶の成長方法において、前記坩堝の下方に補助加熱手段を配し、結晶の引き上げ中における成長前の原料融液重量に対する成長結晶の重量の割合が60%以上となった時以降では、前記坩堝を囲繞するヒータによる加熱に加えて前記補助加熱手段により補助的に坩堝を加熱しながら単結晶を引き上げること

5

10

を特徴とする半導体単結晶の成長方法。

2. 前記補助加熱手段による加熱は、単結晶表面の引き上げ軸方向の温度勾配を、前記成長前の原料融液重量に対する成長結晶の重量の割合によらず一定に保つように行うことを特徴とする請求項1記載の半導体単結晶の成長方法。

15

3. 前記坩堝を囲繞するヒータと前記補助加熱手段の電力値、および／または両者の電力値の割合を総合伝熱解析計算により求めて制御目標値とし、該制御目標値に近づけるように単結晶引き上げ時に前記ヒータと補助加熱手段の電力を制御することを特徴とする請求項1または2記載の半導体単結晶の成長方法。

20

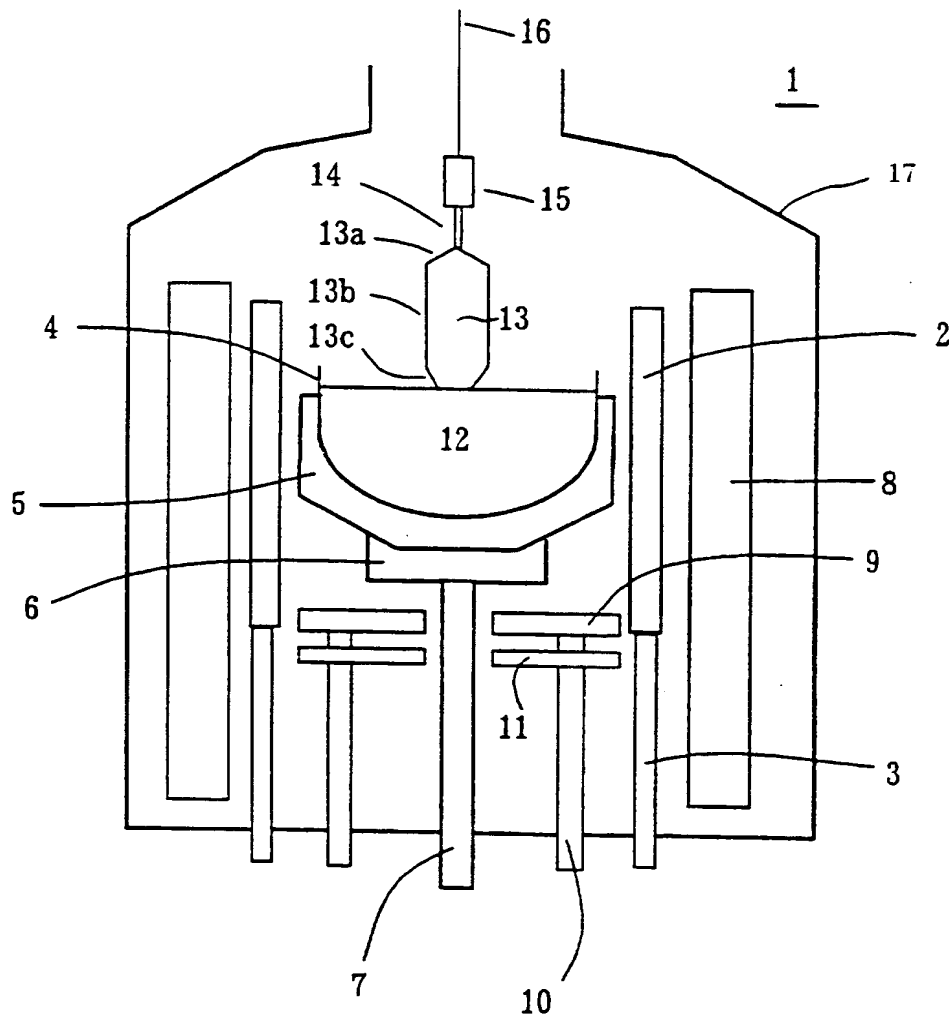
4. 原料を充填する坩堝と、該坩堝を囲繞するヒータと、坩堝内の融液に種結晶を接触させて単結晶を成長させる引き上げ手段と、前記各部材を収容する金属チャンバーとを具備する半導体単結晶製造装置を使用するチョクラルスキー法による半導体単結晶の成長方法において、前記坩堝の下方に補助加熱手段を配し、成長させた単結晶棒を融液から切り離して結晶製造装置から取り出した後、坩堝内に残った原料に新たに原料を加えて溶融し、種結晶を融液に接触させて再び単結晶を引き上げる際に、少なくとも単結晶棒を融液から切り離す時点から坩堝内に新たに原料が投入され坩堝内の原料が完全に溶融する時点まで、前記原料融液が固化しないように前記坩堝を囲繞するヒータと前記補助加熱手段により坩堝を

25

加熱することを特徴とする半導体単結晶の成長方法。

1 / 4

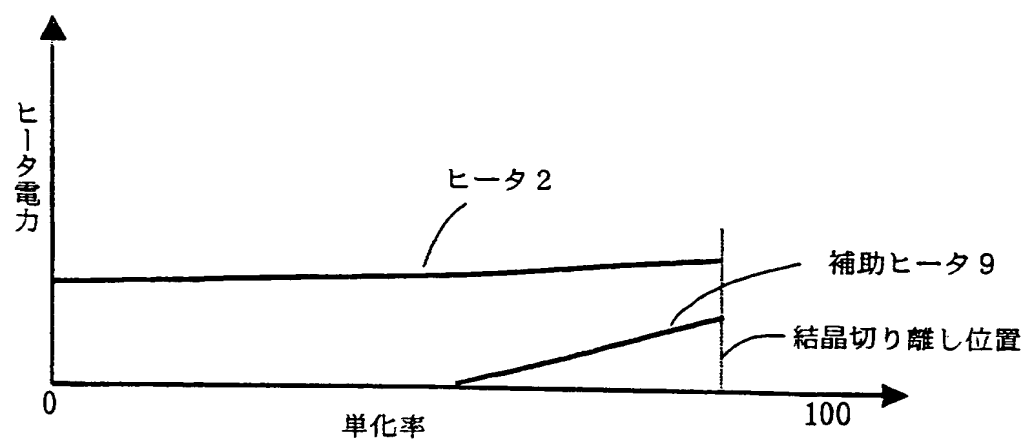
☒ 1





2 / 4

図 2





2

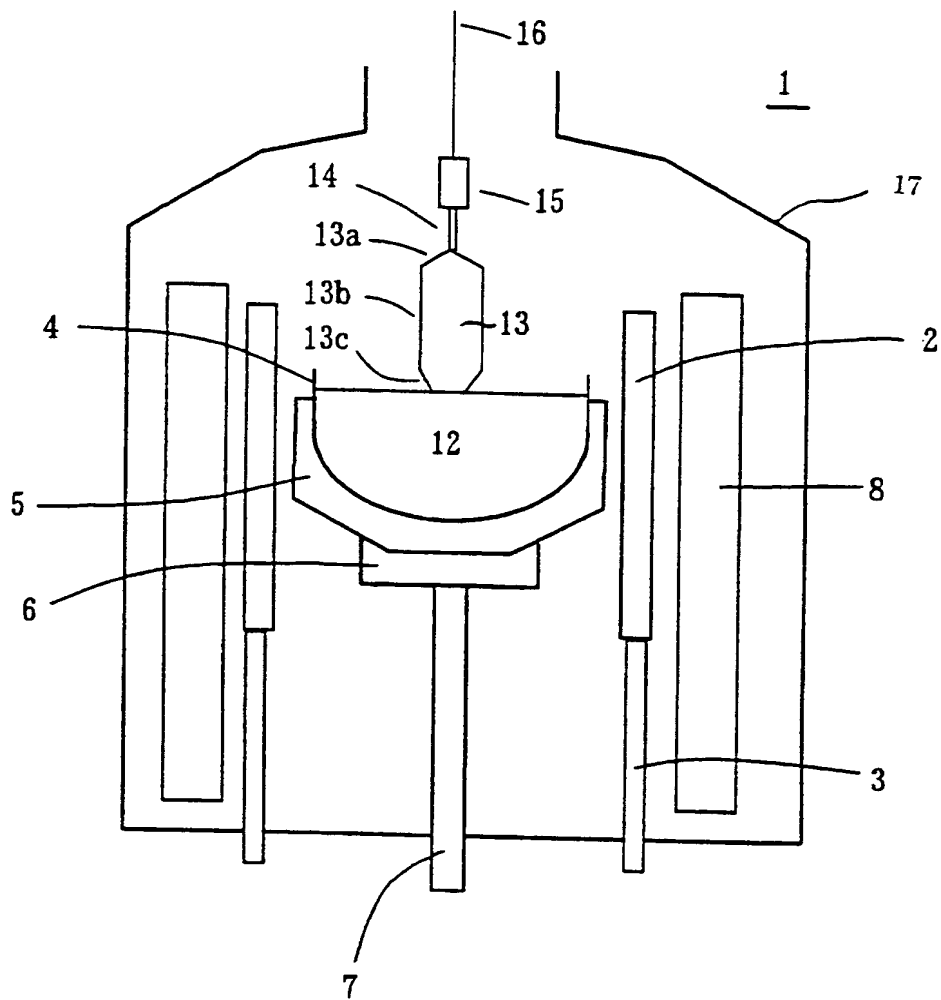
2

2

2

3 / 4

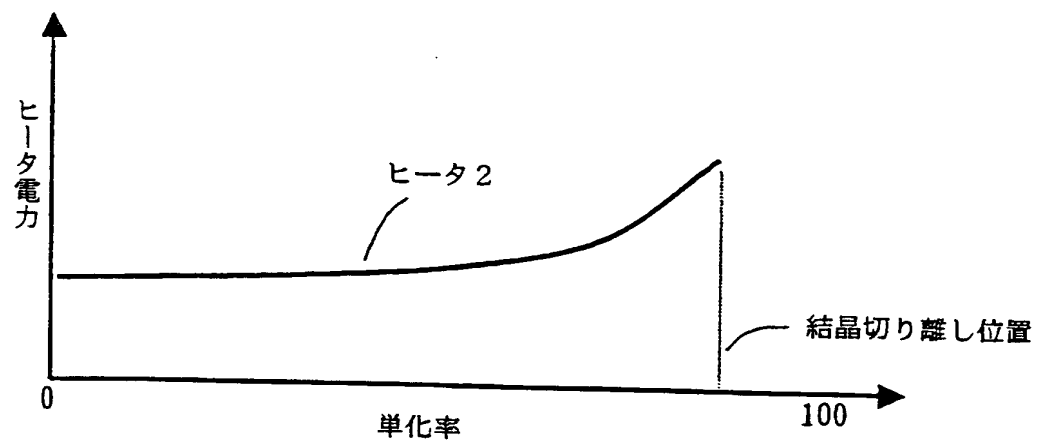
☒ 3





4 / 4

図 4





1

2

3

4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/01125

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ C30B15/14, 29/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl⁷ C30B1/00-35/00Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2001
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2001Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
CAS ONLINE, JICST FILE
mult?(w)pulling

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP, 7-133187, A (Komatsu Electronic Metals Co., LTD.), 23 May, 1995 (23.05.95), Claims 1, 5; Par. No. [0015]; Fig. 2 (Family: none)	1, 2 3
Y	JP, 9-175889, A (Shin Etsu Handotai Co., Ltd.), 08 July, 1997 (08.07.97), Par. No. [0016] & EP, 781868, A2 & US, 5785758, A	3
Y	JP, 8-143392, A (Shin Etsu Handotai Co., Ltd.), 04 June, 1996 (04.06.96), Par. No. [0007]; Fig. 4 & EP, 712945, A1 & US, 5690733, A & US, 5868835, A	4
Y	JP, 2-221184, A (Osaka Titanium Co., Ltd.), 04 September, 1990 (04.09.90), Claim 1; page 3, lower right column, lines 10 to 15 (Family: none)	4

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
 "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 "E" earlier document but published on or after the international filing date
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
 "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
 "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
09 May, 2001 (09.05.01)Date of mailing of the international search report
22 May, 2001 (22.05.01)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.



A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C30B15/14, 29/06

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C30B1/00-35/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2001年

日本国登録実用新案公報 1994-2001年

日本国実用新案登録公報 1996-2001年

国際調査で使用了電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CAS ONLINE, JICST科学技術文献ファイル

mult?(w)pulling

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X Y	JP, 7-133187, A (コマツ電子金属株式会社), 23. 5月. 1995 (23. 05. 95), 請求項1, 請求項5, 【0015】, 図2 (ファミリーなし)	1, 2 3
Y	JP, 9-175889, A (信越半導体株式会社), 8. 7月. 1997 (08. 07. 97), 【0016】 & EP, 781868, A2 & US, 5785758, A	3
Y	JP, 8-143392, A (信越半導体株式会社), 4. 6月. 1996 (04. 06. 96), 【0007】, 図4 & EP, 712945, A1 & US, 5690733, A & US, 5868835, A	4
Y	JP, 2-221184, A (大阪チタニウム製造株式会社), 4. 9月. 1990 (04. 09. 90), 請求項1, 第3頁右下欄第10-15行 (ファミリーなし)	4

☐ C欄の続きにも文献が列举されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

09. 05. 01

国際調査報告の発送日

22.05.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

五十棲 毅

4G

9440

電話番号 03-3581-1101 内線 3416



1

1